

?fam jp06017080/pn

1/1 PLUSPAT - (C) QUESTEL-ORBIT
PN - JP6017080 A 19940125 [JP06017080]
JP2864473 B2 19990303 [JP2864473]
TI - (A) UREA GREASE COMPOSITION
PA - (A) SHOWA SHELL SEKIYU
PA0 - (A) SHOWA SHELL SEKIYU KK
IN - (A) OZAKI KOYO; TANAKA KEIJI; TSUCHIYA TETSUO
AP - 1992JP-0194946 19920629
PR - 1992JP-0194946 19920629
IC - (A) C10M-115/08 C10N-030:00 C10N-050:10
AB - (JP06017080)

PURPOSE: To obtain a urea grease which exhibits a desired consistency though it contains a small amt. of a thickener and which is excellent in mechanical stability, water resistance, pumpability, and acoustic characteristics.

- CONSTITUTION: A diurea compd. of the formula: $R^{(sup\ 1)}NHCONHR^{(sup\ 2)}NHCONHR^{(sup\ 3)}$ (wherein $R^{(sup\ 2)}$ is a tolylene group; and $R^{(sup\ 1)}$ and $R^{(sup\ 3)}$ are each a 16-18C linear or branched satd. or unsatd. hydrocarbon group) is mixed with a diurea compd. of the formula: $R^{(sup\ 4)}NHCONHR^{(sup\ 5)}NHCONHR^{(sup\ 6)}$ (wherein $R^{(sup\ 5)}$ is a diphenylmethane group; and $R^{(sup\ 4)}$ and $R^{(sup\ 6)}$ are each an 8C linear or branched satd. hydrocarbon group) in a molar ratio of the latter compd. to the former of 0.2-0.9, giving a thickener. A urea grease compsn. is prepd. by mixing a mineral oil and/or a synthetic oil as the base oil with the thickener in an amt. of 2-20wt.%.
- COPYRIGHT: (C)1994, JPO&Japio

Application no/date: 1992-194946[1992/06/29]
Date of request for examination: [1995/08/23]
Public disclosure no/date: 1994- 17080[1994/01/25] ~~1994/01/25~~
Examined publication no/date (old law): []
Registration no/date: 2864473[1998/12/18] ~~1998/12/18~~

Examined publication date (present law): [1999/03/03]

PCT application no

PCT publication no/date []

Title of invention: UREA GREASE COMPOSITION

Applicant: SHOWA SHELL SEKIYU KK

Inventor: OZAKI KOYO,TANAKA KEIJI,TSUCHIYA TETSUO

IPC: C10M115/08 #C10N 30:00 #C10N 30:00

#C10N 50:10

FI: C10M101:02 C10M105:02 C10M115:08

C10M169/02 C10N 30:00 C10N 30:02 C10N 30:06 I

C10N 40:02 I C10N 50:10 I C10M115/08

C10N 30:00 Z C10N 50:10

F-term: 4H104BA07A,BE13B,DA02A,LA04,LA13,LA20,QA18

Expanded classification: 146,222

Fixed keyword:

Citation: [19,1997. 3.26,04] (04,JP, Unexamined Publication of Patent,H03-128993) (04,JP,
Unexamined Publication of Patent,H01-139696)

Priority country/date/number: () [] ()

Classification of examiners decision/date: (decision of registration(allowance)) [1998/10/27]

Final examinational transaction/date: (registration) [1998/12/18]

Examination intermediate record:

(A63 1992/ 6/30,PATENT APPLICATION UTILITY MODEL REGISTRATION APPLICATION,14000:)

(A961 1992/10/30,CORRECTION DATA BY EX OFFICIO (FORMALITY), :)

(A621 1995/ 8/24,WRITTEN REQUEST FOR EXAMINATION,87000:)

(A961 1995/10/27,CORRECTION DATA BY EX OFFICIO (FORMALITY), :)

(A9710071997/ 3/ 3,WRITTEN REPORT OF RETRIEVAL, :)

(A9710111997/ 3/26,SITUATION LIST OF UTILIZATION OF OUTSIDE AGENCY FOR SEARCHING PATENT

INFORMATION, :)

(A131 1997/ 4/ 8,WRITTEN NOTICE OF REASON FOR REJECTION, :)

(A53 1997/ 5/21,WRITTEN OPINION, :)

(A961 1997/ 6/18,CORRECTION DATA BY EX OFFICIO (FORMALITY), :)

(A01 1998/10/27,DECISION TO GRANT A PATENT DECISION OF REGISTRATION, :)

(A61 1998/11/27,PAYMENT OF ANNUAL FEE, :)

*** Trial no/date [] Kind of trial [] ***

Demandant: -

Defendand: -

Opponent: -

Classification of trial decision of opposition/date: () []

Final disposition of trial or appeal/date: () []

Trial and opposition intermediate record:

Registration intermediate record:

(R01 1998/10/27,A NOTICE OF DECISION OF REGISTRATION, :01)
(R100 1998/11/26,A WRITTEN PAYMENT FOR ESTABLISHMENT, :01)
(R150 1998/12/28,A REGISTRATION CERTIFICATE, :01)
(R20 2001/11/13,A WRITTEN ANNUITY PAYMENT, :02)
(R250 2001/12/18,A RECEIPT OF ANNUITY PAYMENT (INSTALLMENT PAYMENT), :02)
(R20 2002/11/13,A WRITTEN ANNUITY PAYMENT, :03)
(R250 2002/11/26,A RECEIPT OF ANNUITY PAYMENT (INSTALLMENT PAYMENT), :03)

Amount of annuities payment: 5years year

Lapse date of right: []

Proprietor: 13-SHOWA SHELL SEKIYU KK

(19)日本国特許庁 (J P)

(12) 公 開 特 許 公 報 (A)

(11)特許出願公開番号

特開平6-17080

(43)公開日 平成6年(1994)1月25日

(51)Int.Cl. ⁵	識別記号	庁内整理番号	F I	技術表示箇所
C 1 0 M 169/02		9159-4H		
// (C 1 0 M 169/02				
101:02				
105:02				
115:08)				

審査請求 未請求 請求項の数1(全 5 頁) 最終頁に続く

(21)出願番号	特願平4-194946	(71)出願人	000186913 昭和シェル石油株式会社 東京都千代田区霞が関3丁目2番5号
(22)出願日	平成4年(1992)6月29日	(72)発明者	尾崎 幸洋 東京都千代田区霞が関3丁目2番5号 昭和シェル石油株式会社内
		(72)発明者	田中 啓司 東京都千代田区霞が関3丁目2番5号 昭和シェル石油株式会社内
		(72)発明者	土谷 哲夫 東京都千代田区霞が関3丁目2番5号 昭和シェル石油株式会社内
		(74)代理人	弁理士 友松 英爾 (外1名)

(54)【発明の名称】 ウレア系グリース組成物

(57)【要約】

【目的】 少量の増ちょう剤で所望のちょう度が得られ、かつ機械的安定性、耐水性、圧送性および音響特性に優れたウレアグリースの提供。

【構成】 一般式

(a) $R^1NHCONHR^2NHCONHR^3$

(式中、 R^2 はトリレン基、 R^1 と R^3 は炭素数16~18の直鎖状または分岐状の飽和または不飽和のアルキル基である)で示されるジウレア化合物および

(b) $R^4NHCONHR^5NHCONHR^6$

(式中、 R^5 はジフェニルメタン基、 R^4 と R^6 は炭素数8の直鎖状または分岐の飽和アルキル基である)で示されるジウレア化合物よりなる混合物であって、(a)に対する(b)の割合が20~90モル%である増ちょう剤を、鉱油および/または合成油よりなる基油に対し、2~20重量%含有させたことを特徴とするウレア系グリース組成物。

1

【特許請求の範囲】

【請求項1】 一般式

(a) $R^1NHCONHR^2NHCONHR^3$

(式中、 R^2 はトリレン基、 R^1 と R^3 は炭素数16～18の直鎖状または分岐状の飽和または不飽和のアルキル基である)で示されるジウレア化合物および

(b) $R^4NHCONHR^5NHCONHR^6$

(式中、 R^5 はジフェニルメタン基、 R^4 と R^6 は炭素数8の直鎖または分岐の飽和アルキル基である)で示されるジウレア化合物よりなる混合物であって、(a)に対する(b)の割合が20～90モル%である増ちょう剤を、鉱油および/または合成油よりなる基油に対し、2～20重量%含有させたことを特徴とするウレア系グリース組成物。

【発明の詳細な説明】

【0001】

【産業上の利用分野】本発明は、増ちょう剤として2種類のジウレア化合物を併合したウレアグリース組成物に関する。

【0002】

【従来技術】近年、自動車や鉄鋼等の各種産業界では、機械技術の進歩が著しく、各種機械部品の小型化、軽量化および高性能化が進み、潤滑箇所が高温となる傾向にある。このため、耐熱性や酸化安定性に優れたウレア系グリースがその使用量の削減や機械寿命の延長に効果的なことから徐々にその用途を広げている。特開平1-284591号の技術は、増ちょう剤としてのジウレア化合物を開示しており、このジウレア化合物は2価のジフェニルメタン基の一方には炭素数3～4のアルキル基を、もう一方には炭素数16～18のアルキル基を有するものである。特開平1-268793号の技術も、増ちょう剤としてのジウレア化合物を使用するが、このジウレア化合物は2価のジフェニルメタン基の両端にはオクタデシル基、オクチル基、ドデシル基よりなる群から選ばれた基が結合しており、かつそのオクタデシル基のモル比率を20～80モル%としたものである。特開平1-139696号は、増ちょう剤としてジフェニルメタンの両端に尿素結合をもつタイプのジウレア化合物と、トリレン基またはビトリレン基の両端に尿素結合をもつタイプのジウレア化合物とを併用する技術に関するものであるが、尿素結合を介してジフェニルメタン基に結合しているアルキルは炭素数8のものに限られており、また尿素結合を介してトリレン基またはビトリレン基に結合している基は芳香族基に限られていた。特開平2-77494号は、増ちょう剤としてジフェニルメタンの両端に尿素結合をもつタイプのジウレア化合物と、ビトリレン基の両端に尿素結合をもつタイプのジウレア化合物とを併用する技術に関するものである。特公昭63-26798号の技術は、三種類のジウレア化合物を併用するものであるが、2つの尿素結合には含まれた基

2

はいずれも同じ基が使用されており、1つの化合物は両端の基がドデシルのもの、1つの化合物は1端がドデシルで、他端がオクチルのもの、もう1つの化合物は両端がオクチルのものを組合せて使用するものである。特開昭58-185693号の技術は、ジウレア系グリースにアルケニルこはく酸アミド、アルキルベンゼンスルホン酸金属塩、石油スルホン酸金属塩などを添加して音響特性を改善するものであるが、ジウレアについてはとくに特色はない。

10 【0003】

【目的】本発明の第一の目的は、少量の増ちょう剤で所望のちょう度が得られ、かつ機械的安定性、耐水性、圧送性および音響特性に優れたウレアグリースを提供する点にある。本発明の第二の目的は、特開平1-139696号の技術を拡張、改良する点にある。

【0004】

【構成】本発明は、一般式

(a) $R^1NHCONHR^2NHCONHR^3$

(式中、 R^2 はトリレン基、 R^1 と R^3 は炭素数16～18の直鎖状または分岐状の飽和または不飽和のアルキル基である)で示されるジウレア化合物および

(b) $R^4NHCONHR^5NHCONHR^6$

(式中、 R^5 はジフェニルメタン基、 R^4 と R^6 は炭素数8の直鎖または分岐の飽和アルキル基である)で示されるジウレア化合物よりなる混合物であって、(a)に対する(b)の割合が20～90モル%である増ちょう剤を、鉱油および/または合成油よりなる基油に対し、2～20重量%含有させたことを特徴とするウレア系グリース組成物に関する。

30 【0005】(a)成分は、トリレンジイソシアネートとヘキサデシルアミン、ヘプタデシルアミン、および/またはオクタデシルアミンを反応させることにより得ることができる。トリレンジイソシアネートは2,4-トリレンジイソシアネート、2,6-トリレンジイソシアネートおよびこれらの混合物などが使用できる。

(b)成分は、ジフェニルメタンジイソシアネートとオクチルアミンとを反応させることにより得られる。

【0006】

40 【実施例】以下、実施例を掲げて本発明を説明する。また比較例を併記し、本発明のウレアグリースの特性を明らかにした。

実施例1～7

表に示す配合割合にて成分(a)のジイソシアネートと60重量部の基油とをグリース釜に入れ、約80℃に加熱し、ジイソシアネートを溶解した後、これに20重量部の基油に溶解させた成分(a)のn-オクタデシルアミンを徐々に加えて激しく攪拌する。約10分後、成分(b)のジフェニルメタン4,4'-ジイソシアネートを加えたのちに20重量部の基油に溶解させたn-オクチルアミンを加え攪拌を続ける。ジイソシアネートとア

ミンとの反応により温度は上昇するが約30分間この状態で攪拌後、170℃まで加熱して反応を完結させる。その後、室温まで放冷し、混練してグリースを作った。実施例に示す鉱油の粘度は11cst(100℃)であり、ポリ α -オレフィン油は12cst(100℃)である。各実施例のグリースのちょう度、滴点、シェルロール(150℃、24h)および180℃における加熱後ちょう度(25℃、不混和)並びに音響試験の結果を表に示した。なお、音響試験は特公昭53-2357号記載の方法により測定した。

比較例1~2

*表に示す配合割合にてジイソシアネートと鉱油の80重量部とをグリース釜に入れ、約80℃に加熱し、ジイソシアネートを溶解した後、20重量部の鉱油に溶解させたアミンを加え攪拌した。約30分間この状態で攪拌を続けた後、約170℃まで加熱し反応を完結させ、室温に放冷後、混練してグリースを作った。各比較例の性状を表に示した。

(以下余白)

【0007】

10 【表1】

*

		実施例 1	実施例 2	実施例 3	実施例 4	実施例 5
成分 (a)	(1)2.4/2.6 (80%/20%)ー トリレンジイソシアネートg	3.22	2.82	2.02	1.21	0.40
	(2)n-オクタデシルアミンg	9.58	8.38	5.98	3.59	1.20
成分 (b)	(1)ジフェニルメタン4,4'ー ジイソシアネート g	1.57	2.36	3.94	5.51	7.08
	(2)n-オクチルアミンC8g	1.63	2.44	4.06	5.69	7.32
鉱油 g		184	184	184	184	184
ポリ α -オレフィン g		—	—	—	—	—
増ちょう剤含有量 %		8.0	8.0	8.0	8.0	8.0
(a)/(b) モル%/モル% (性状)		80/20	70/30	50/50	30/70	10/90
ちょう度 (25℃、混和)		268	255	240	245	271
シェルロール (室温、24時間)		358	347	317	298	332
含水10%シェルロール (室温、24時間)		362	356	347	309	351
シェルロール (150℃、24時間)		382	369	310	305	321
音響試験 (120秒後)		38	20	25	15	26

【0008】

【表2】

		実施例 6	実施例 7	比較例 1	比較例 2
成分 (a)	(1)2.4/2.6 (80%/20%)－ トリレンジイソシアネートg	0.91	1.21	*	—
	(2)n－オクタデシルアミンg	2.69	3.59	22.44	—
成分 (b)	(1)ジフェニルメタン4,4'－ ジイソシアネート g	4.13	5.51	—	7.87
	(2)n－オクチルアミンC8g	4.27	5.69	—	8.13
鉍 油 g		188	—	170	184
ポリ α -オレフィン g		—	184	—	—
増ちょう剤含有量 %		6.0	8.0	15.0	8.0
(a)/(b) モル%/モル% (性 状)		30/70	30/70	100/0	0/100
ちょう度 (25℃、混和)		292	251	343	342
シェルロール (室温、24時間)		357	313	368	402
含水10%シェルロール (室温、24時間)		382	316	331	412
シェルロール (150℃、24時間)		362	314	>440	365
音響試験 (120秒後)		20	18	47	51

* 比較例における2.4/2.6の割合は65%/35%である。

ちょう度：JIS 2220

シェルロール：ASTM D1831に準拠

音響試験：特公昭53-2357号記載の方法による。 30

【0009】実施例8、比較例3～5

実施例8として実施例6に酸化防止剤、防錆剤および極*

* 圧剤を加えたグリースをつくり、市販のグリースと性状を比較した結果をつぎの表に示した。本発明グリースは、市販のグリースよりも機械的安定性、耐水性、耐熱性および圧送性に優れている。

【表3】

	実施例 8	比較例 3	比較例 4	比較例 5
(性 状)				
ちょう度 (25℃、混和)	313	272	320	338
シェルロール (室温、24時間)	360	414	365	>440
含水10%シェルロール (室温、24時間)	381	>440	>440	>440
シェルロール (150℃、24時間)	372	>440	>440	>440
見掛け粘度 0℃、10sec ⁻¹ (ボアズ)	910	—	1180	1800

(注) 比較例3：市販ウレア系グリース

比較例4：市販リチウム石鹸グリース

比較例5：カルシウムコンプレックス系グリース

【0010】比較例6～10

特開平1-139696号の実施例1～4および9のデータを比較例6～10として示す。 50

【表4】

比較例		6	7	8	9	10
特開平1-139696号 発明の対応実施例番号		1	2	3	4	9
成分 (a)	(1)ジフェニルメタン4,4'- ジイソシアネート g	8.98	6.08	3.09	6.69	8.98
	(2)オクチルアミンC8 g	9.29	6.29	3.19	6.92	9.29
成分 (b)	(3)3,3'-ビトリレン-4,4'- ジイソシアネート g	3.16	6.42	9.79		3.16
	(4)2.4/2.6 (65%/35%) - トリレンジイソシアネートg				4.66	
	(5)パラトルイジン g	2.57	5.21	7.93	5.73	2.57
鉱油 g		176	176	176	176	
ポリ α -オレフィン g						176
増ちょう剤含有量 %		12	12	12	12	12
(a)/(b) モル%/モル%		75/25	50/50	25/75	50/50	50/50
性状	ちょう度 (25℃、混和)	270	285	295	290	283
	シェルロール (150℃、24時間)	283	296	325	341	291
150℃加熱後ちょう度 (25℃、不混和)		178	175	174	177	179
音響試験 (120秒後)		52	59	67	48	49

この表からみて、本発明が特開平1-139696号の発明に較べて総合的に音響効果がさらに改良されていることが明らかであろう。さらに本発明によれば少ない増ちょう剤量で硬いグリースが得られる。いいかえれば、ちょう度収率が優れていることが明白である。このように本発明のウレア系グリース組成物は、音響特性の改善のみならず、ちょう度収率に優れ、しかも耐水性や常温から高温における機械的安定性に優れたグリースを提供

することができる。

【0011】

30 【効果】本発明は、新しい増ちょう剤の配合を提示することにより、技術を豊富化するとともに、先行技術である特開平1-139696号の主課題である音響特性を一層改善することができた。しかも、本発明のグリースは、高温における機械的安定性にすぐれ、熱硬化性が非常に少ない。

フロントページの続き

(51) Int. Cl.⁵

C10N 30:00
30:02
30:06
40:02
50:10

識別記号

庁内整理番号

C 8217-4H

F I

技術表示箇所